

(C) WPI / DERWENT

AN - 1990-111079 [15]

AP - JP19880212028 19880826

CPY - KURO-I

DC - D16

DR - 0117-U 0187-U

FS - CPI

IC - C12G3/02

MC - D05-E

PA - (KURO-I) KURODA Y

PN - JP2060581 A 19900301 DW199015 000pp

PR - JP19880212028 19880826

XA - C1990-048758

XIC - C12G-003/02

AB - J02060581 Brewing of sake comprises brewing raw rice contg. Ca of at least 15 mg/100 g, Mg of at least 150 mg/100 g, sulphur-contg. aminoacids of up to 300 mg/100 g and at least 90% polyvalent unsatd. fatty acids as against whole fatty acids.

- Ca accelerates dissolution of enzyme from koji. Mg helps propagation of koji or yeast. Sulphur-contg. aminoacids, of which esp. methionine or cystine generates sulphuric cpd. such as methylmercaptan, cause deterioration of sake. Brewage of sake comprises (1) soaking raw rice in water to absorb it, steaming it to obtain steamed rice, compounding steamed rice, koji rice and dipping water and fermenting it at 15-18 deg.C for 12-13 days.

- USE/ADVANTAGE - Healthy sake high in taste and flavour is obtd. It is high in contents of Ca and Mg, high in the ratio of polyvalent unsatd. fatty acids but low in content of sulphur-contg. aminoacids. (21pp Dwg.No.0/16)

IW - BREW SAKE TASTE FLAVOUR BREW RAW RICE CONTAIN CALCIUM MAGNESIUM SULPHUR CONTAIN AMINOACID POLYVALENT UNSATURATED FATTY ACID

IKW - BREW SAKE TASTE FLAVOUR BREW RAW RICE CONTAIN CALCIUM MAGNESIUM SULPHUR CONTAIN AMINOACID POLYVALENT UNSATURATED FATTY ACID

NC - 001

OPD - 1988-08-26

ORD - 1990-03-01

PAW - (KURO-I) KURODA Y

TI - Brewing of sake having good taste and flavour - by brewing raw rice contg. calcium, magnesium, sulphur-contg. aminoacid(s) and polyvalent unsatd. fatty acids

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-60581

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)3月1日

C 12 G 3/02

1 1 9 A

7803-4B

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全21頁)

⑮ 発明の名称 新規な清酒の醸造法

⑯ 特 願 昭63-212028

⑰ 出 願 昭63(1988)8月26日

⑱ 発 明 者 三 田 村 恭 造 福井県今立郡今立町大滝25-23

⑲ 出 願 人 黒 田 与 作 福井県今立郡今立町横住6-10-2

⑳ 出 願 人 黒 田 な る み 福井県今立郡今立町横住6-10-2

明 細 書

1. 発明の名称

新規な清酒の醸造法

2. 特許請求の範囲

- (1) 清酒の醸造において、カルシウムの含有量が150mg/100g以上有する原料米を用いることを特徴とする新規な清酒の醸造法。
- (2) 前記の原料米がマグネシウム含有量として、150mg/100g以上を有することを特徴として清酒を醸造する方法。
- (3) 原料米の含硫アミノ酸が300mg/100g以下であり、特許請求範囲第1項または第2項であることを特徴とする清酒の醸造方法。
- (4) 原料米中の多価不飽和脂肪酸が全脂肪酸に対して90%以上であり、特許請求範囲第1項または第2項であることを特徴とする清酒の醸造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はカルシウム・マグネシウムの含有量が多く、多価不飽和脂肪酸の割合が高く、含硫アミノ酸の含有量が少ない原料米を用いて味と香りの豊かで健康によい清酒の醸造法に関する。カルシウム・マグネシウム/含有量が多く、多価不飽和脂肪酸の割合が高く、含硫アミノ酸の含有量が少ない上記の成分を満足する原料米は、商品名ピロール米として福井県経済連より発売されている。このピロール米は産米用としても味・舌ざわり・

香りとともに良いが現在までこれを酒造米として使用されたことはなかった。

第1表に80%に精白したピロール米の成分と比較して市販の80%精白の日本晴の成分を記す。ただし、分析は科学技術庁発行日本食品標準成分表に記載の方法に従って行った。

第 1 表

原料米(ピロール米)と市販米の成分表(100g中)
(ピロール米・市販米ともに福井県産米である)

	水分	タンパク質	脂質	炭水化物	カルシウム
80%精白 ピロール米	(%) 15.0	(%) 8.0	(%) 3.2	(%) 71.5	(mg) 16.0
80%精白 日本晴	15.5	7.4	3.0	72.8	10.0

マグネシウム	硫	含硫アミノ酸 メチオニン・システイン	ビタミンB1
(mg) 250.0	(mg) 1.0	(mg) 280.0	(mg) 0.68
120.0	1.1	360.0	0.34

飽和脂肪酸	多価不飽和脂肪酸
256 (mg) 脂質に対して8%	2944 (mg) 脂質に対して92%
750 (mg) 脂質に対して25%	2250 (mg) 脂質に対して75%

米の外層部にはタンパク質・脂肪が多く、これは製成酒の香味・色沢などに関係している。また外層部にはカルシウム・マグネシウム・ビタミンなどが含まれ、これらは微生物の栄養源に富むため、微生物の発育が良好になるが、しかし多すぎるとコウジがヌリハゼの力の弱いものになるとか、モロミで酸酵が強くポーメが切れすぎて発酵しのような辛口の酒になることもある。しかし、ピロール米による原料米ではカルシウム・マグネシウムの量は適量で、人工的に添加品としてカルシウム・マグネシウムを加えることなく良質の清酒を醸造できる。

灰分中のマグネシウムはコウジ菌や酵母の増殖を助ける成分で、これが不足すると菌の増殖が弱くなり、コウジであれば品温が上がらず、また酒母やモロミでは酸酵不十分でポーメの切れが悪い。

またカルシウムはコウジからの酵素の溶出を防いで酵素作用を促進する成分である。従ってカルシウ

ム・マグネシウムの多い原料米で作った酒は辛口で酒質は良いが飲上りがりてくる。つまり、貯蔵中に酒質が悪化することがない。

清酒の老香は品質上好ましくないが、この原因は原料米中の含硫アミノ酸に由来することがわかっていく(特公昭62-6779)。この中でも特にメチオニン・シスチンなどが清酒の貯蔵中に分解して揮発性硫黄化合物を生じ、これが老香として感じることになる。その中でもメチルメルカプタンはppbの単位の高濃度でも強烈な老香を発することがわかっている。従って含硫アミノ酸の少ない原料米を用いて醸造された清酒は貯蔵中にも老香を生ずることがなく、製品としても価値の高いものとなる。

一般に原料米中脂質の量は約3g/100gであるがこの中で飽和脂肪酸と多価不飽和脂肪酸の割合は約1:3である。即ち人体に対して必要な多価不飽和脂肪酸の量は約2g/100gである。ところが本発明において用いられるピロール米ではその割合は1:11であり、多価不飽和脂肪酸の含有量は約3gである。多価不飽和脂肪酸の中でもリノール酸・リノレン酸・アラキドン酸の3つは人体では生合成不能であるのに体内では重要な役割りをもつので必須アミノ酸とよばれる食品からとる必要がある。特にこれらの多価不飽和脂肪酸は血中コレステロールを下げる作用が強く、動脈硬化などの予防になる。したがって多価不飽和脂肪酸の多い原料米から醸造した清酒にも当然これらの酸が含まれ健康に良い清酒ができることになる。カルシウム

・マグネシウムが多い原料米を使えば自然酸酵が良好だけでなく香りと味のまろやかな清酒ができ、日本人に不足しがちなカルシウム・マグネシウムを酒の中から摂取することができる健康酒でもある。これは、人工添加しないアルカリ清酒ともいえる。このように従来清酒の醸造では原料米としてその種類は数多く用いられてきたが、その含有成分としてはどれもほぼ一定のものばかりであった。従って清酒の質も甘口・辛口・濃酒・薄酒・雑味とかのごく限られたものであった。本発明者は清酒の原料米としてカルシウム・マグネシウム分の多い含硫アミノ酸の少ない、そして多価不飽和脂肪酸の多い特殊なピロール米を用いて、再々テストの結果、味と香りの豊かなしかも健康にもよい清酒の醸造法を見出し本発明を完成した。

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明における清酒の醸造では、先ず最初に醸造用に精白したピロール米を一度水に浸漬して充分に吸水させ、水切りした後、そのままの状態で常圧によって蒸きようして蒸米とすることができる。次に上記のように得られた蒸米を糠床として使用するが、その仕込み配合が通常清酒の醸造とは異なる。すなわち標準的な仕込み配合は第2表に示すとおりのものであって、蒸米・曲米および返水は初造(第1日目)・仲造(第3日目)および留造(第4日目)の三段に仕込むが、本発明では初造の追加量を標準の仕込み配合よりも増加するとともに仲造を省略するか、あるいは留造も省略して仕込み原料のすべてを第1日目に添加するとともに

に返水の割合を増加する。

表 2

標準的な仕込み配合

区分	酒母	初造	仲造	留造	計
胚米(kg)	100	240	430	730	1500
蒸米(kg)	75	165	330	585	1155
糠米(kg)	35	65	100	145	345
返水(kg)	120	210	540	1005	1875

表 3

本発明の仕込み配合

区分	酒母	初造	留造	計
胚米(kg)	0	2000-1600	1200-0	1500
蒸米(kg)	0	232-1162	930-0	1162
糠米(kg)	0	67-337	270-0	337
返水(kg)	0	405-2025	1620-0	2025

特開平2-60581(3)

標準的な仕込み配合（酒母配合：6～9％、麹配合：15～20％、浸水配合：110～130％）における通常の発酵（初造の品温：6～11℃、仲造（第3日目）の品温：8～10℃、留造（第4日目）の品温：7～8℃、最終品温：16～20℃）では発酵のために20～25日を必要とするが本発明の仕込み配合における発酵（初造の品温：15～18℃、留造の品温：15～18℃、最終品温：15～18℃）では、発酵のために必要な期間は12～13日に短縮される。これはビロール米の蒸米中に存在するカルシウム・マグネシウムのためデンプンの溶け込みが速くなり、また同時に酵母の増殖も速くなった結果とおもわれる。本発明では初造後24時間、1000～3000rpmのゆっくりとした撹拌を行うことによって発酵に必要な期間をさらに1～3日短縮することができる。この場合の撹拌は空気をまきこむような激しい撹拌であってはならない。通常の清酒の醸造では初造後の撹拌は禁物とされているので、本発明における撹拌によって製成した清酒の品質を劣化させることなく発酵に必要な期間を短縮したことはビロール米中のカルシウム・マグネシウム及び多価不飽和脂肪酸のためと考えられ全く驚くべきことである。

実施例1.

精白歩合が80％のビロール米（昭和62年度産・福井県清酒）を一夜水に浸漬し水切りした後、常法によって蒸きょうして蒸米を得た。この蒸米を胚米として使用し、下記の表4に示される仕込み配合において二

段および三段仕込みの清酒の醸造を15℃の温度で12日間行った。この清酒の醸造における全体の浸水歩合は135％であった。発酵において乳酸0.15mlおよび酵母5mlを添加した。

表 4
仕込み配合

番号	胚米(g)		糠米(g)		麹米(g)		浸水(g)	
	初造	留造	初造	留造	初造	留造	初造	留造
1	60	240	46	186	13	50	81	320
2	90	210	70	160	21	49	120	281
3	150	150	116	116	33	33	200	203
4	180	120	140	90	40	27	242	161
5	200	70	163	70	46	20	283	121
6	300	0	230	0	63	0	406	0

対照として通常米（日本晴、昭和62年度福井県産）を常法によって蒸きょうして得られた蒸米を使用して通常通りの三段仕込みによる清酒の醸造を13日間行った。この常法による三段仕込みの仕込み配合は表5に示すとおりである。

表 5
対照の仕込み配合

	初造	仲造	留造	計
胚米	60	90	150	300
糠米	41	66	116	223
麹米	18	23	33	74
浸水	73	110	184	367

上清酒の成分の分析結果を表6に示し、また香気成分の測定結果を表7に示す。

表 6
上清酒の成分の分析結果

番号	日本酒度	アルコール(%)	酸度(m)	アミノ酸度(m)	含塩アミノ酸度(m)
対照	-2.4	16.8	2.83	1.70	0.23
1	-8.6	16.6	2.83	1.68	0.10
2	-7.6	16.0	2.80	1.83	0.09

3	-5.4	17.8	2.98	1.76	0.11
4	-3.8	17.4	2.74	1.60	0.08
5	-3.8	17.0	2.79	1.64	0.10
6	-0.4	15.3	2.99	1.76	0.11

表 7
上清酒の香気成分(ppm)

番号	アセトアルデヒド	酢酸エチル	n-プロピルアルコール	イソブチルアルコール	酢酸イソamil	イソamilアルコール	カプロン酸エチル
対照	63.4	43.3	112.3	115.1	3.10	221.2	0.90
1	48.2	52.1	93.3	102.3	4.22	213.4	1.00
2	49.3	48.2	101.5	123.5	4.21	235.7	1.03
3	63.1	61.9	123.1	142.3	4.11	233.8	1.20
4	53.3	59.7	117.8	143.9	4.21	243.8	1.09

特開平2-60581(4)

5	51.2	61.2	113.9	123.9	5.31	709.1	1.39
6	49.2	56.2	163.9	176.5	5.99	233.3	1.36

さらに表8に上槽酒の成分分析を示す。

表 8
上槽酒の成分分析(100g中)

番号	タンパク質	糖質	カルシウム	リン	ナトリウム	カリウム	多価不飽和脂肪酸
月 照	(g)	(g)	(mg)	(mg)	(mg)	(mg)	(%)
1	0.4	5.0	4.0	8.0	2.0	5.0	310
2	0.6	7.2	8.0	6.0	2.0	4.0	720
3	0.5	7.1	8.0	5.0	2.0	4.0	510
4	0.6	6.9	7.0	7.0	3.0	5.0	600
5	0.7	6.8	8.0	8.0	2.0	6.0	610
6	0.7	7.0	7.0	8.0	3.0	5.0	590
7	0.7	7.1	8.0	7.0	2.0	4.0	560

5	1	1	2	1	1	2	1	9	1.28
6	1	1	1	1	2	1	1	8	1.28
1の火入れ酒	1	2	1	1	1	1	1	8	1.28

本発明は対照品に比べて官能的に優れていることが判明した。特に含炭アミノ酸が少なく濃度の酒質で貯蔵による品質の劣化が少ないことも官能的に認められた。

実施例2。
実施例1によって得られた蒸米を酒米として使用し下記の表10に示される二段仕込みの酒造の醸造を15℃の温度で初造後24時間300rpmの撹拌をして12日開行った。この酒造の醸造における全体の浸水歩合は135%であった。酸酵において0.15mlの乳酸および6mlの酵母を追加した。

表 10
仕込み配合

	浸米(g)	浸米(g)	浸米(g)	浸水(ml)
初造	180	140	40	240
留造	120	90	30	160
計	300	230	70	400

表6によると初造の割合が高くなると酸酵が速くなり全量を初造にする二段仕込みでは最高になることがわかる。対照の二段仕込みは13日よりもろみであるのに対して、本発明の二段仕込みおよび一段仕込みは12日よりもろみであるから本発明によると酸酵に要する期間が短縮できることがわかる。表7によると、上槽酒の香気成分には本発明と対照の間に差がないから酸酵に要する期間を短縮しても酒質が劣ることはない。また表8からカルシウムの量が本発明は対照と比べて約2倍になっているからまろやかな味を期待できる。さらに多価不飽和脂肪酸が対照品の約2倍含まれており健康によい酒造といえる。
上槽酒についての官能試験を行った。3点法で評価し、1が優、2が普通、3が不良とした。結果は表9に示す。

表 9
上槽酒の官能試験

パネル番号	イ	ロ	ハ	ニ	ホ	ヘ	ト	計	平均
月 照	2	2	1	2	1	2	2	12	1.71
1	1	1	1	2	1	1	1	8	1.14
2	1	2	1	1	2	1	1	9	1.28
3	2	1	1	1	1	2	1	9	1.28
4	1	1	1	1	2	1	2	9	1.28

上槽酒の成分分析結果を表11に示す。また上槽酒の香気成分分析結果を表12に示す。

表 11
上槽酒の成分分析結果

	日本酒度	アルコール(%)	酸度(mEq)	アミノ酸(mEq)	含炭アミノ酸(mEq)
実施例2	1.1	17.1	2.45	1.41	0.09
月 照	2.5	16.8	2.85	1.70	0.73
参 考	3.8	17.4	2.74	1.60	0.08

表 12
上槽酒の香気成分(ppm)

番号	アセトアルデヒド	酢酸エチル	n-ブチルアルコール	イソブチルアルコール	酢酸イソamil	イソamilアルコール	カブロン酸エチル
実施例2	55.8	79.8	162.4	150.9	7.28	287.0	1.65
月 照	65.4	43.3	112.3	115.1	3.10	221.7	0.90

特開平2-60581 (5)

項目	55.3	59.2	117.8	143.9	4.21	243.8	1.09
参考							

これらの点における対照は実施例1における対照であり、また参考は実施例1における参考である。さらに上槽酒の内容成分を表13に示す。

表 13

上槽酒の内容成分 (100g中)

番号	タンパク質	糖質	カルシウム	リン	ナトリウム	カリウム	多価不飽和脂肪酸
実施例2	(g)	(g)	(mg)	(mg)	(mg)	(mg)	(mg)
	0.6	6.4	7.0	7.0	2.0	6.0	650
対照	0.4	5.0	4.0	8.0	2.0	5.0	310
参考	0.7	6.0	8.0	8.0	2.0	6.0	600

表11によると発酵初期にゆるやかな発酵を行うと初通の割合を増加された場合よりもさらに発酵速度が増大するから発酵に要する期間をさらに短縮することができる。また酒質は醸成において実施例2は参考よりも少なくなるが香りが濃厚になり貯蔵時には参考よりも良好であった。このことから発酵初期にゆるやかな発酵を行うと比較的短い発酵によって濃厚な清酒をつ

9図は実施例1の多価不飽和脂肪酸の液クロ、第10図は実施例1の含硫アミノ酸の液クロである。また第11図は原料米であるピロール米のNMR、第12図は普通市販米(日本晴)のNMRである。第13図は実施例1の生酒、第14図は実施例1の火入れ酒、第15図は対照の生酒、第16図は対照の火入れ酒のそれぞれNMRスペクトル図である。

特許出願人 田田 与作

田田 なるみ



くることができる。表14に官能試験を示す。3点法で採点し、1が優、2が普通、3が不良とした。

表 14

官能試験

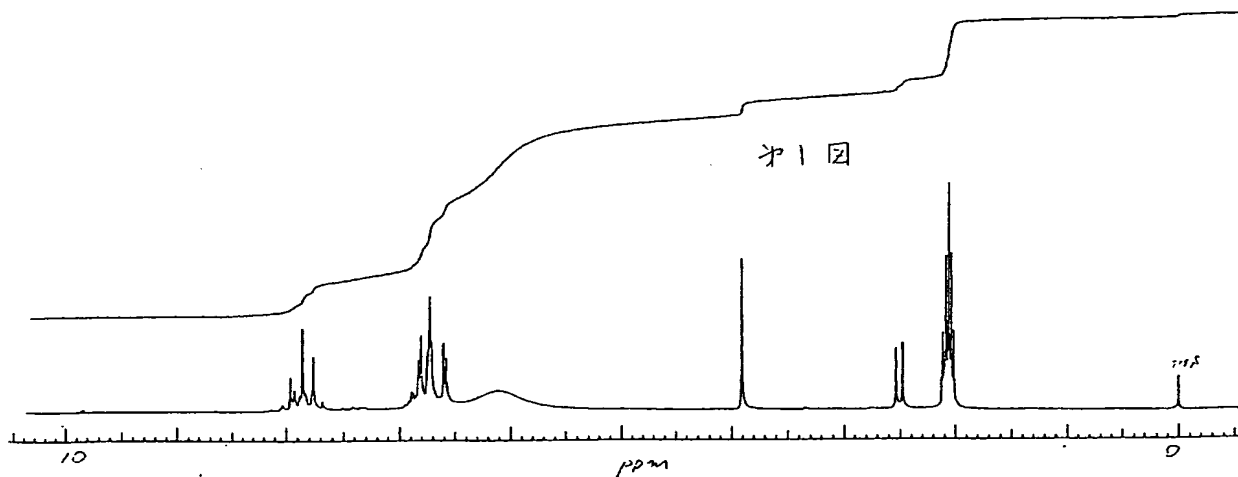
パネル	イ	ロ	ハ	ニ	ホ	ヘ	ト	計	平均
実施例2	1	1	1	2	1	1	1	8	1.14
対照	2	2	1	2	1	2	2	12	1.72
参考	1	1	1	1	2	1	1	9	1.28

対照品に比べ本発明は官能的に優れていることがわかる。味に関しては原料米から由来する有機カルシウムの影響が大きい。また、香りに関しては含硫アミノ酸が少ないために貯蔵しても悪臭が生じなくて、すっきりした深みだが濃厚な清酒ができる。一方、多価不飽和脂肪酸が多く含まれているので健康によい時代の要請に答えた新規の清酒を醸造することができた。

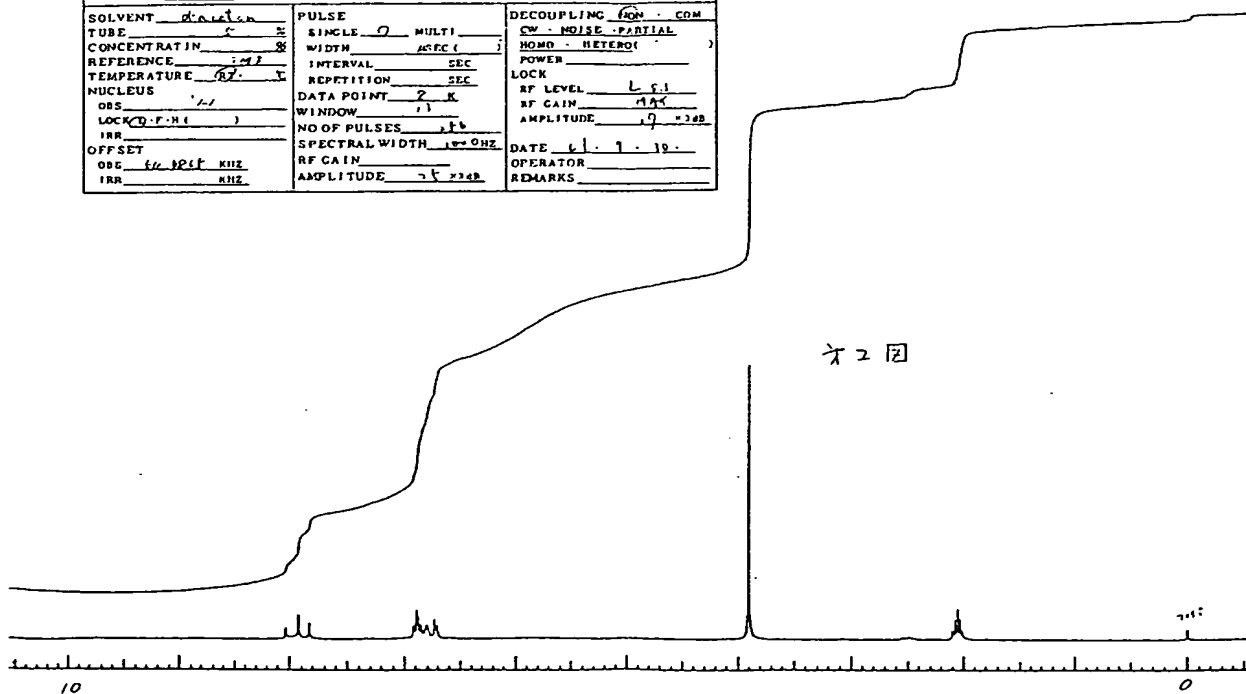
4. 図面の簡単な説明

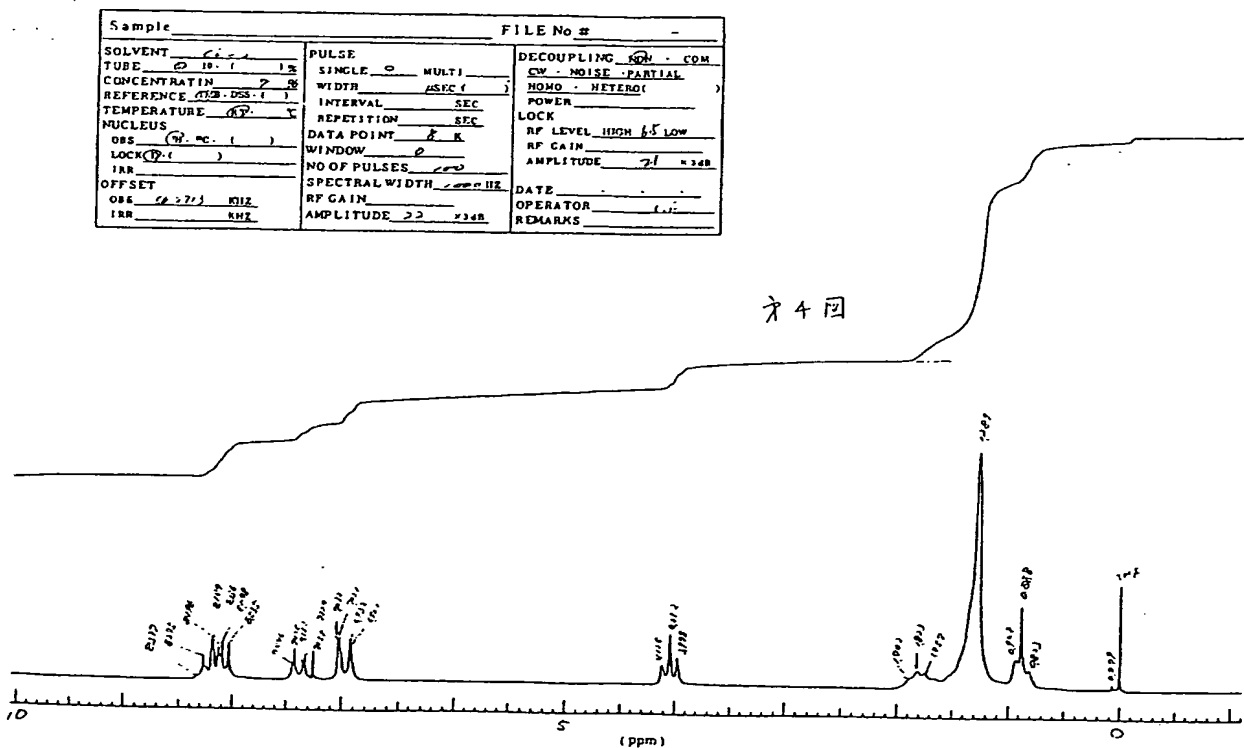
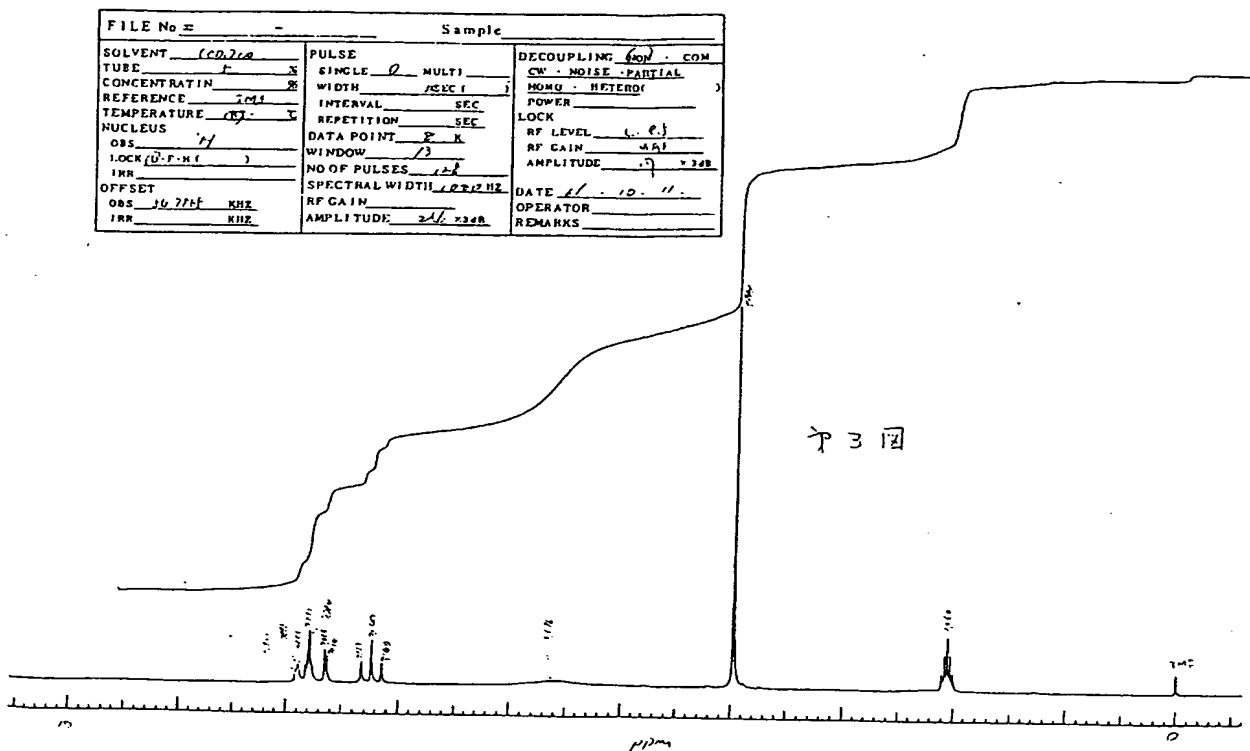
図面は本発明の実施例を示すもので、第1図は実施例1のNMR、第2図は実施例2のNMR、第3図は対照品のNMR、第4図は実施例1の香気成分のNMR、第5図は実施例2の香気成分のNMR、第6図は対照品の香気成分のNMR、第7図は実施例1の液クロ、第8図は対照品の液クロ、第

FILE No. <u>2</u>		Sample	
SOLVENT <u>d₂o</u>	PULSE <u>SINGLE</u> <u>Q</u> MULTI	DECOUPLING <u>NO</u> <u>COM</u>	
TUBE <u>5</u>	WIDTH <u>4</u> <u>SEC</u>	CW - NOISE - PARTIAL	
CONCENTRATION <u>10</u>	INTERVAL <u>SEC</u>	HOMO - HETERO	
REFERENCE <u>1H</u>	REpetition <u>SEC</u>	POWER	
TEMPERATURE <u>30</u>	DATA POINT <u>9</u> <u>K</u>	LOCK	
NUCLEUS <u>1H</u>	WINDOW <u>1</u>	RF LEVEL <u>1.25</u>	
ORS <u>1H</u>	NO OF PULSES <u>16</u>	RF GAIN <u>100</u>	
LOCK <u>1H</u>	SPECTRAL WIDTH <u>1200</u> <u>HZ</u>	AMPLITUDE <u>1.7</u> <u>V</u>	
OFFSET <u>14.7</u> <u>KHZ</u>	RF GAIN	DATE	
ORS <u>1H</u>	AMPLITUDE <u>1.7</u> <u>V</u>	OPERATOR	
IRR		REMARKS	

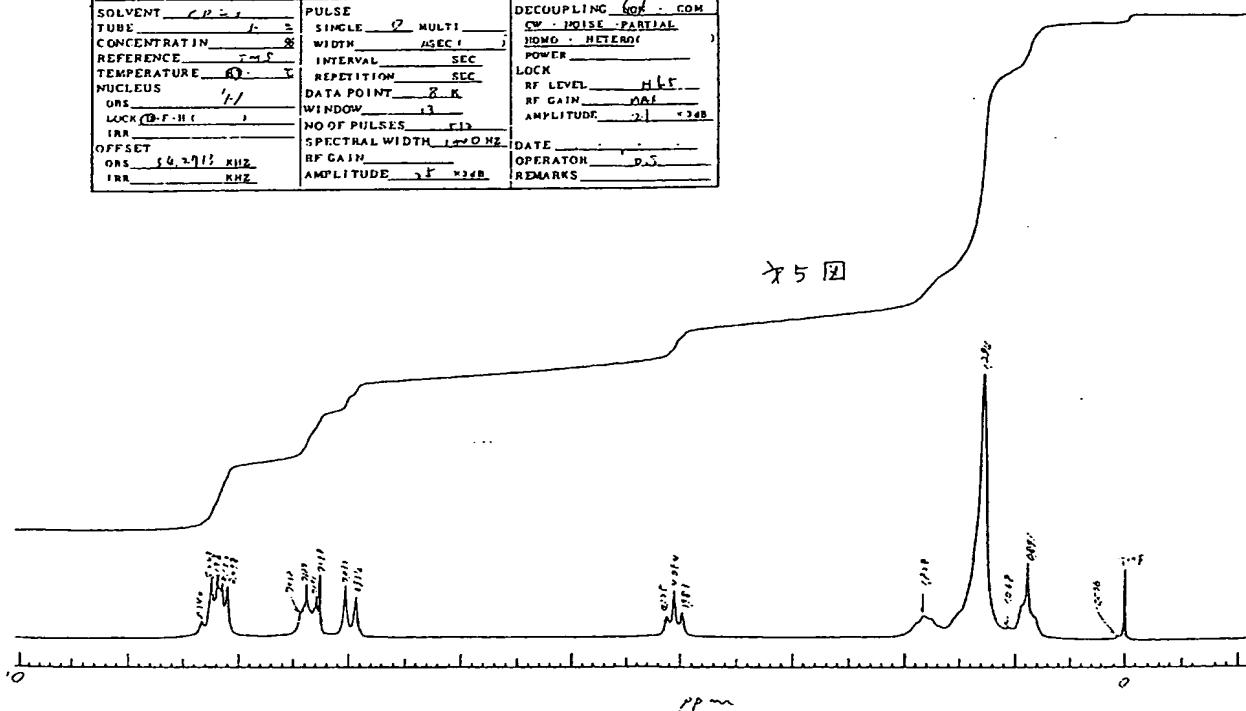


FILE No. <u>2</u>		Sample	
SOLVENT <u>d₂o</u>	PULSE <u>SINGLE</u> <u>Q</u> MULTI	DECOUPLING <u>NO</u> <u>COM</u>	
TUBE <u>5</u>	WIDTH <u>4</u> <u>SEC</u>	CW - NOISE - PARTIAL	
CONCENTRATION <u>10</u>	INTERVAL <u>SEC</u>	HOMO - HETERO	
REFERENCE <u>1H</u>	REpetition <u>SEC</u>	POWER	
TEMPERATURE <u>30</u>	DATA POINT <u>9</u> <u>K</u>	LOCK	
NUCLEUS <u>1H</u>	WINDOW <u>1</u>	RF LEVEL <u>1.25</u>	
ORS <u>1H</u>	NO OF PULSES <u>16</u>	RF GAIN <u>100</u>	
LOCK <u>1H</u>	SPECTRAL WIDTH <u>1200</u> <u>HZ</u>	AMPLITUDE <u>1.7</u> <u>V</u>	
OFFSET <u>14.7</u> <u>KHZ</u>	RF GAIN	DATE <u>6.1.19</u>	
ORS <u>1H</u>	AMPLITUDE <u>1.7</u> <u>V</u>	OPERATOR	
IRR		REMARKS	

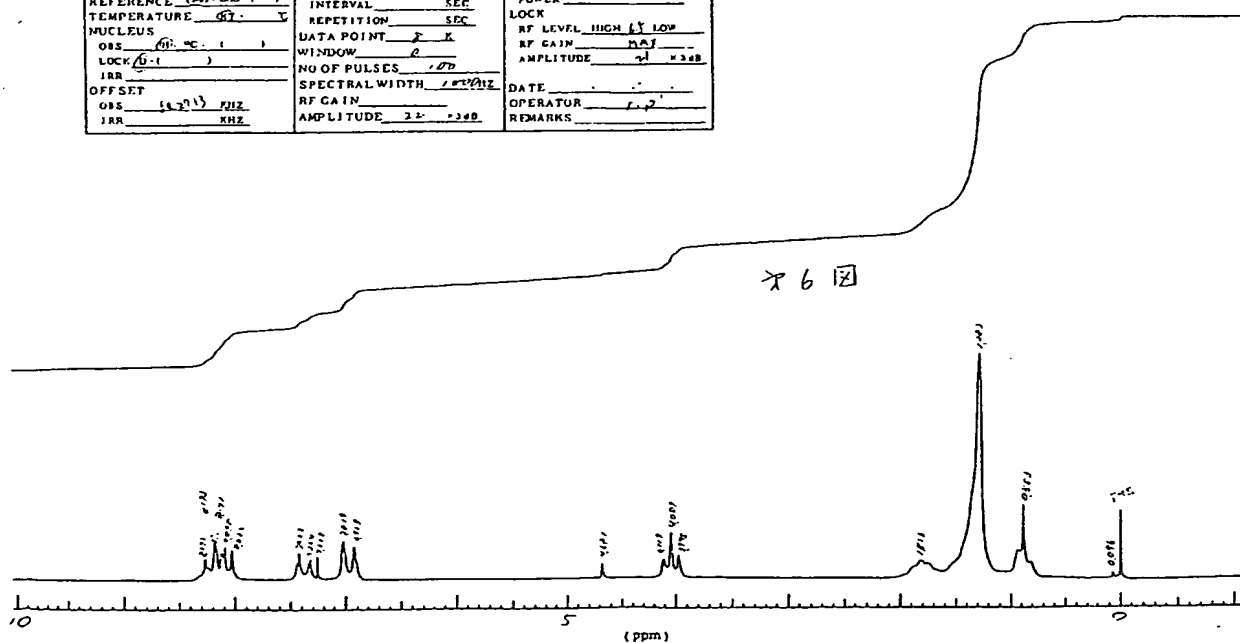




FILE No = -		Sample	
SOLVENT <i>CDCl₃</i>	PULSE	DECOUPLING <i>ON</i> - COM	
TUBE <i>1</i>	MULTI <i>2</i>	CW - NOISE - PARTIAL	
CONCENTRATION <i>3</i>	WIDTH <i>1</i> SEC	HOM - HETERO	
REFERENCE <i>TMS</i>	INTERVAL	LOCK	
TEMPERATURE <i>25</i>	REpetition <i>SEC</i>	RF LEVEL <i>HLF</i>	
NUCLEUS <i>1</i>	DATA POINT <i>2 K</i>	RF GAIN <i>MAX</i>	
LOCK <i>CDCl₃-H₂O</i>	WINDOW <i>13</i>	AMPLITUDE <i>21</i> *3dB	
IRR	NO OF PULSES <i>113</i>	DATE	
OFFSET	SPECTRAL WIDTH <i>100 MHz</i>	OPERATOR <i>D.S</i>	
ORS <i>64.713 kHz</i>	RF GAIN	REMARKS	
IRR <i>kHz</i>	AMPLITUDE <i>25</i> *3dB		



Sample		FILE No	
SOLVENT		PULSE	DECOUPLING
TUBE		SINGLE	EDM
CONCENTRATION		WIDTH	NOISE - PARTIAL
REFERENCE		INTERVAL	HOMO - HETEROI
TEMPERATURE		REpetition	POWER
NUCLEUS		DATA POINT	LOCK
ORF		WINDOW	RF LEVEL HIGH LOW
JRR		NO OF PULSES	RF GAIN
		SPECTRAL WIDTH	AMPLITUDE
OFFSET		RF GAIN	DATE
ORF		AMPLITUDE	OPERATOR
JRR			REMARKS



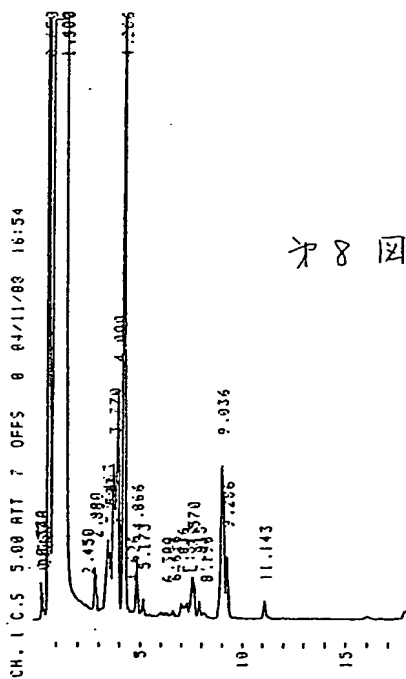


図 8

84/11/88 16:54

0-2100

METHOD: TAG: 6 CH: 1

FILE: 5 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.330	7484	0.024	BU
2	0.346	18022	0.032	UU
3	0.393	8724	0.028	UU
4	0.436	13798	0.051	UU
5	0.630	1874244	6.953	UU
6	1.420	2409729	77.552	UU
7	1.500	2399774	7.751	UU
8	2.450	2933	0.009	UU
9	2.800	36609	0.182	UU
10	3.463	139451	0.450	UU
11	3.593	74656	0.231	UU
12	3.770	26721	0.093	UU
13	4.000	376653	1.216	UU
14	4.265	901955	2.513	UU
15	4.525	3422	0.011	UU
16	4.866	76426	0.246	UU
17	5.173	21688	0.076	UU
18	6.300	2286	0.007	UU
19	6.626	6242	0.020	UU
20	7.036	36851	0.116	UU
21	7.313	22045	0.071	UU
22	7.570	94281	0.310	UU
23	7.713	23328	0.081	UU
24	8.190	8979	0.029	UU
25	9.036	390138	1.260	UU
26	9.285	96431	0.311	UU
27	11.143	26648	0.086	UU
TOTAL		30933181	100.000	

PEAK REF: 0

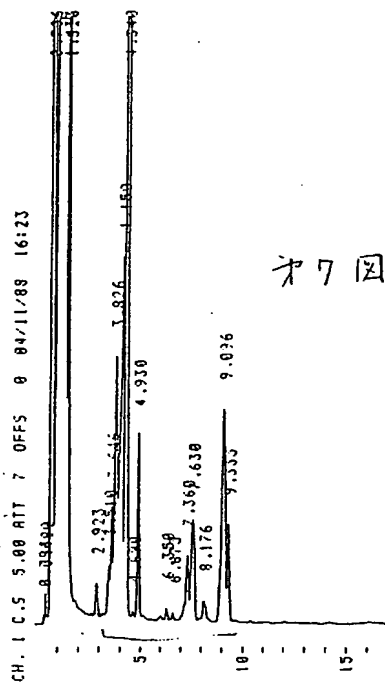


図 7

84/11/88 16:23

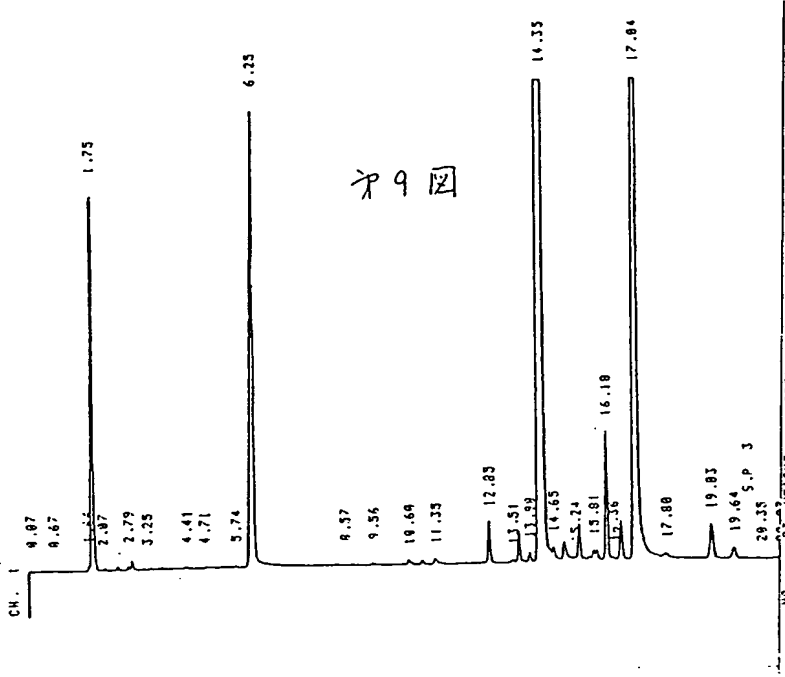
0-2100

METHOD: TAG: 4 CH: 1

FILE: 5 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

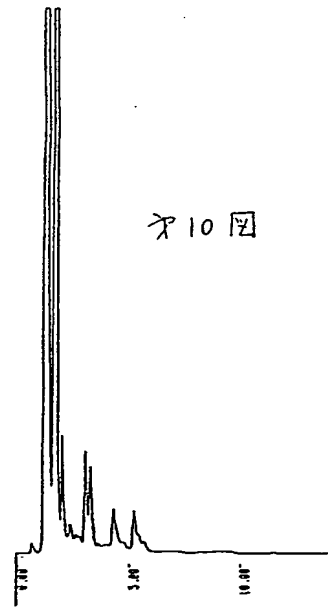
NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	0.336	3599	0.011	UU
2	0.480	22553	0.072	UU
3	0.786	1767413	5.637	UU
4	0.786	825553	2.639	UU
5	1.433	21906406	78.037	UU
6	1.526	1205369	3.855	UU
7	2.923	45383	0.146	UU
8	3.510	75784	0.242	UU
9	3.646	13775	0.440	UU
10	3.826	482024	1.477	UU
11	4.150	736668	2.335	UU
12	4.340	2739330	8.758	UU
13	4.690	5823	0.018	UU
14	4.930	227391	0.726	UU
15	6.350	17367	0.055	UU
16	6.673	7268	0.024	UU
17	7.360	11449	0.356	UU
18	7.650	25748	0.824	UU
19	8.176	38962	0.124	UU
20	9.036	525148	1.631	UU
21	9.333	148053	0.473	UU
TOTAL		31278271	100.000	

PEAK REF: 0



9 図

NO.	RT	WEIGHT	AREA	CONC.	SN
4	1.25	5512	9247	1.149	80
5	1.80	5612	11196	1.333	80
18	4.25	6827	39779	9.382	80
21	19.48	85	569	0.081	80
23	11.35	97	784	0.091	80
24	12.35	659	2782	0.312	80
26	13.68	469	2854	0.248	80
27	13.98	145	646	0.073	80
28	14.35	125911	64472	74.918	80
29	14.63	298	1149	0.133	80
39	14.38	255	1938	0.222	80
32	13.48	532	2473	0.289	80
34	15.81	142	681	0.079	80
35	15.91	148	747	0.079	80
36	16.18	1936	8857	1.036	80
38	15.84	398	2892	0.337	80
41	17.84	19482	122927	14.381	80
42	19.34	374	3148	0.368	80
43	19.34	178	1131	0.134	80
47	23.27	73	687	0.089	80
48	24.81	34	564	0.065	80
TOTAL		168452	854777	99.991	
ISUL		19.989			
SUOL		18.989			



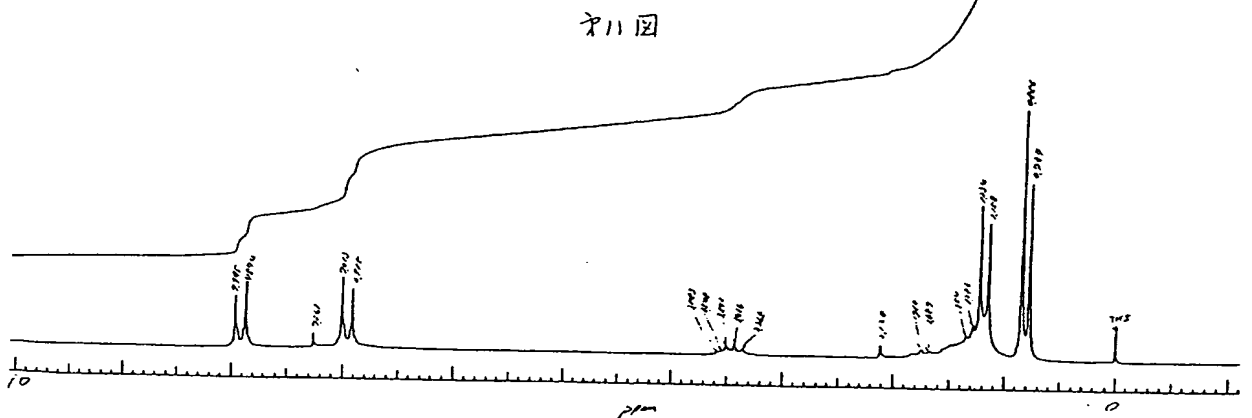
10 図

081

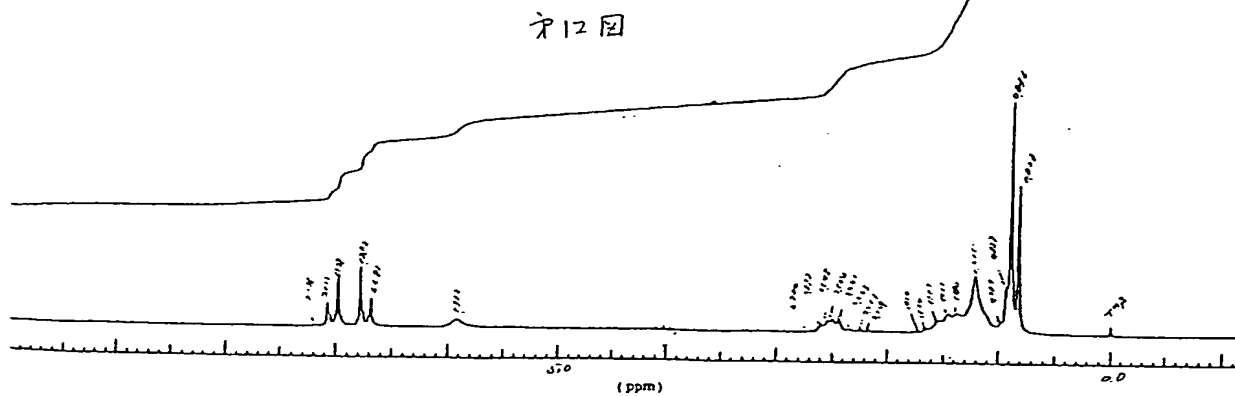
SAMPLE 2 01:30 JUNE 02

NO.	NAME	RT	A	OR	H	MK	CONC
1	0.713	6147	M				0.1049
2	1.296	3573428	M				61.0311
3	1.713	1508792	M				32.3284
4	2.125	36721	M				0.5693
5	2.486	23032	M				0.3942
6	2.753	11437	M				0.1952
7	3.130	43480	M				0.2932
8	3.380	45013	M				0.8276
9	3.713	6231	M				0.7956
10	4.086	12917	M				0.1063
11	4.406	43396	M				0.2205
12	5.300	36324	M				0.8473
13	5.710	12712	M				0.6528
14	6.873	5709	M				0.2170
15	7.193	3273	M				0.0374
16	8.113	2250	M				0.0578
17	8.500	6143	M				0.0431
18	9.580	3444	M				0.1049
19	11.566	2939	M				0.0587
20	13.046	1779	M				0.0434
21			M				0.0503
TOTAL		5357527					199.0900

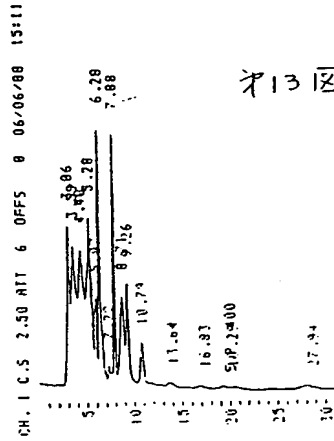
FILE No. 2		Sample	
SOLVENT <u>CDCl₃</u>	PULSE SINGLE <u>Q</u> MULTI	DECOUPLING <u>NOISE</u> <u>PARTIAL</u> <u>COM</u>	
TUBE <u>C</u>	WIDTH <u>4</u> <u>μSEC</u>	CW <u>NOISE</u> <u>PARTIAL</u>	
CONCENTRATION <u>10</u>	INTERVAL <u>SEC</u>	HOMO <u>HETERO</u>	
REFERENCE <u>100</u>	REpetition <u>SEC</u>	POWER	
TEMPERATURE <u>RT</u>	DATA POINT <u>2</u> <u>K</u>	LOCK	
NUCLEUS <u>¹H</u>	WINDOW <u>0</u>	RF LEVEL <u>6.1</u>	
OBS <u>100</u>	NO OF PULSES <u>6</u>	RF GAIN <u>100</u>	
LOCK <u>0</u> <u>F-H</u>	SPECTRAL WIDTH <u>1000</u> <u>HZ</u>	AMPLITUDE <u>2</u> <u>x 248</u>	
IRF	RF GAIN	DATE	
OFFSET	AMPLITUDE <u>2</u> <u>x 248</u>	OPERATOR <u>F.S.</u>	
OBS <u>100</u> <u>KHZ</u>		REMARKS	
IRF <u>KHZ</u>			



Sample		FILE No. 2	
SOLVENT <u>CDCl₃</u>	PULSE SINGLE <u>Q</u> MULTI	DECOUPLING <u>NOISE</u> <u>PARTIAL</u> <u>COM</u>	
TUBE <u>C</u>	WIDTH <u>4</u> <u>μSEC</u>	CW <u>NOISE</u> <u>PARTIAL</u>	
CONCENTRATION <u>10</u>	INTERVAL <u>SEC</u>	HOMO <u>HETERO</u>	
REFERENCE <u>100</u>	REpetition <u>SEC</u>	POWER	
TEMPERATURE <u>RT</u>	DATA POINT <u>2</u> <u>K</u>	LOCK	
NUCLEUS <u>¹H</u>	WINDOW <u>0</u>	RF LEVEL HIGH <u>LOW</u>	
OBS <u>100</u>	NO OF PULSES <u>6</u>	RF GAIN <u>100</u>	
LOCK <u>0</u> <u>F-H</u>	SPECTRAL WIDTH <u>1000</u> <u>HZ</u>	AMPLITUDE <u>2</u> <u>x 248</u>	
IRF	RF GAIN	DATE	
OFFSET	AMPLITUDE <u>2</u> <u>x 248</u>	OPERATOR <u>F.S.</u>	
OBS <u>100</u> <u>KHZ</u>		REMARKS	
IRF <u>KHZ</u>			



174 Unitil Q C18 5µm 46φx300mm
MeOH:H₂O = 8:2
4V 204 mm
0.6 ml/min 流速



713 区

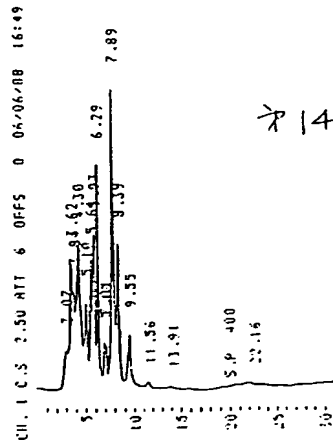
06/06/88 15:11

1-2009

METHOD: 7 CUI: 1

FILE: 1 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	8C
1	7.88	19150	12.039	8U
2	8.28	118890	14.813	8U
3	10.74	307524	8.581	8U
4	11.04	327061	11.043	8U
5	16.83	87787	3.630	8U
6	17.94	341050	14.102	8U
7	27.94	11701	0.483	8U
8		275980	11.577	8U
9		247218	10.222	8U
10		198414	8.284	8U
11		39913	4.132	8U
12		19728	0.143	8U
13		8354	0.264	8U
14		9284	0.413	8U
15		20306	0.847	8U
TOTAL		2418131	99.999	
PEAR DET :		5000		



714 区

06/06/88 16:49

1-2000

METHOD: 10 CUI: 1

FILE: 1 CALC-METHOD: AREA% TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	8C
1	7.07	12513	1.055	8U
2	7.89	15194	5.869	8U
3	8.35	98612	4.623	8U
4	9.35	25343	12.018	8U
5	11.56	60768	2.849	8U
6	13.91	122911	5.763	8U
7	22.16	208530	9.778	8U
8	27.94	24612	11.000	8U
9		43752	2.851	8U
10		39141	1.835	8U
11		545052	25.555	8U
12		240228	11.263	8U
13		91132	4.319	8U
14		10001	0.460	8U
15		5057	0.237	8U
16		27931	1.309	8U
TOTAL		3117825	100.000	
PEAR DET :		5000		

CH. 1 C.S 2.50 ATT 6 OFFS 0 06/06/88 13:44

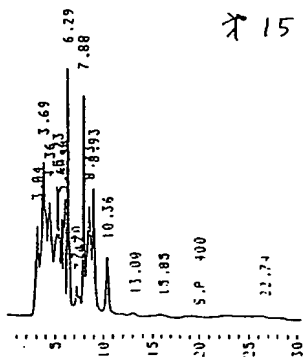


図 15

06/06/88 13:44

0-2000

METHOD: TAG: 0 CH: 1
FILE: 1 CONC-METHOD: AREA2 TABLE: 0 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	3.04	200327	6.377	UU
2	3.69	522256	17.582	UU
3	4.36	483370	12.842	UU
4	5.23	336982	10.726	UU
5	5.60	117809	3.759	UU
6	5.94	181898	5.791	UU
7	6.29	327621	10.438	UU
8	7.20	102779	8.964	UU
9	7.47	152737	8.581	UU
10	7.88	259515	8.262	UU
11	8.43	386867	9.773	UU
12	8.93	235929	7.511	UU
13	10.36	116146	3.697	UU
14	13.00	7880	8.249	UU
15	15.85	18455	8.332	UU
16	22.74	37956	1.288	UU
TOTAL		3140367	100.800	
PERK RES		5088		

CH. 1 C.S 2.50 ATT 6 OFFS 0 06/06/88 16:16

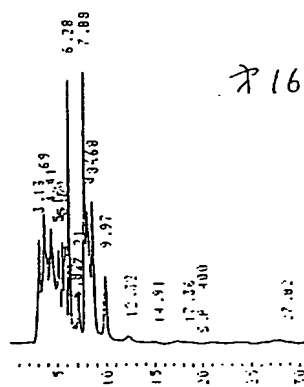


図 16

06/06/88 16:16

0-2000

METHOD: TAG: 9 CH: 1
FILE: 1 CONC-METHOD: AREA2 TABLE: 9 CONC: AREA

NO.	RT	AREA	CONC	BC
1	3.13	190972	8.311	UU
2	3.69	293635	12.782	UU
3	4.41	182786	8.138	UU
4	5.16	59409	2.383	UU
5	5.39	75091	3.263	UU
6	5.95	107101	4.661	UU
7	6.20	277982	12.098	UU
8	7.21	32340	2.403	UU
9	7.88	139872	14.792	UU
10	8.22	297406	12.944	UU
11	9.28	224736	10.216	UU
12	9.97	123720	5.384	UU
13	12.32	11564	0.503	UU
14	14.91	5143	0.229	UU
15	17.36	13263	0.664	UU
16	22.32	23027	1.007	UU
TOTAL		2297606	99.000	
PERK RES		5000		

手続補正書(方式) 平成1年 3月18日提出

平成 1年 3月20日

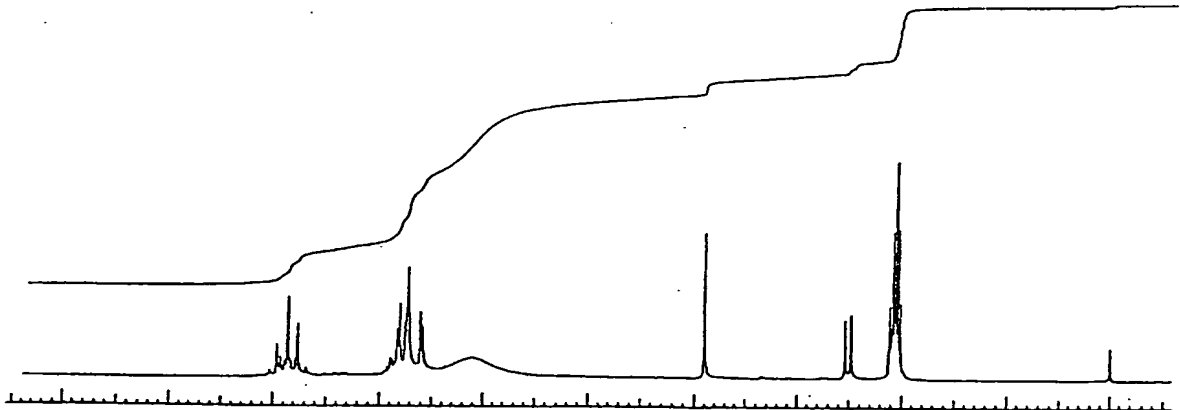
特許庁長官

殿

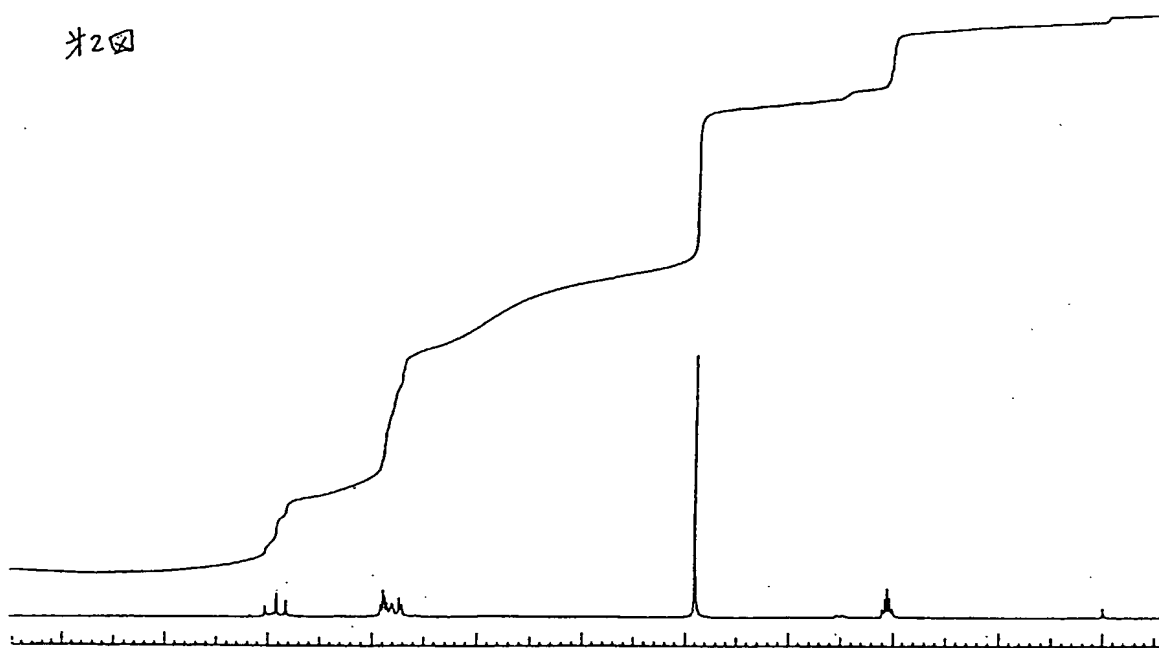
1. 事件の表示 昭和63年特許願第212028号
2. 発明の名称 新規な清酒の醸造法
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人
住所 福井県今立郡今立町横住6-10-2
氏名 黒田与作 (ほか1名)
4. 補正命令の日付 昭和63年11月29日
5. 補正の対象 図面
6. 補正の内容 第1図から第16図まで全部を別紙図面のとおりに補正する。



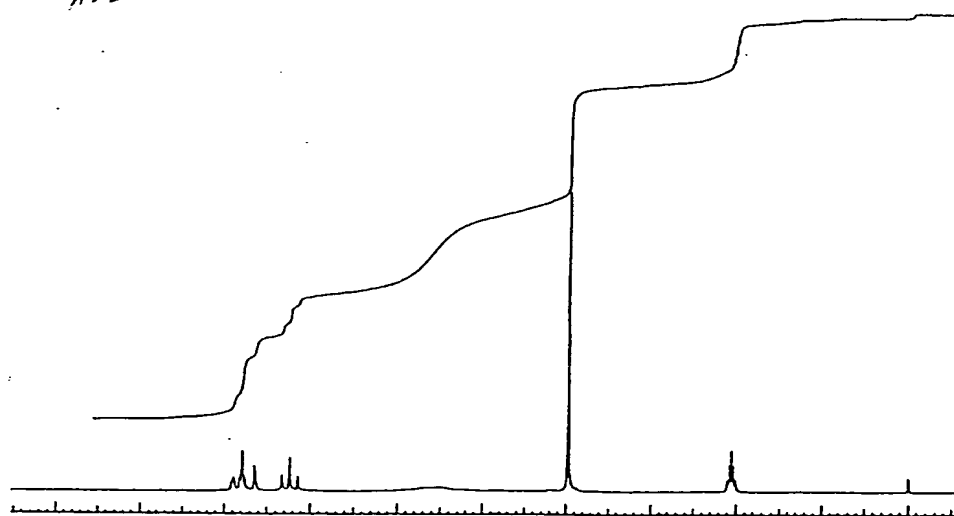
才1図



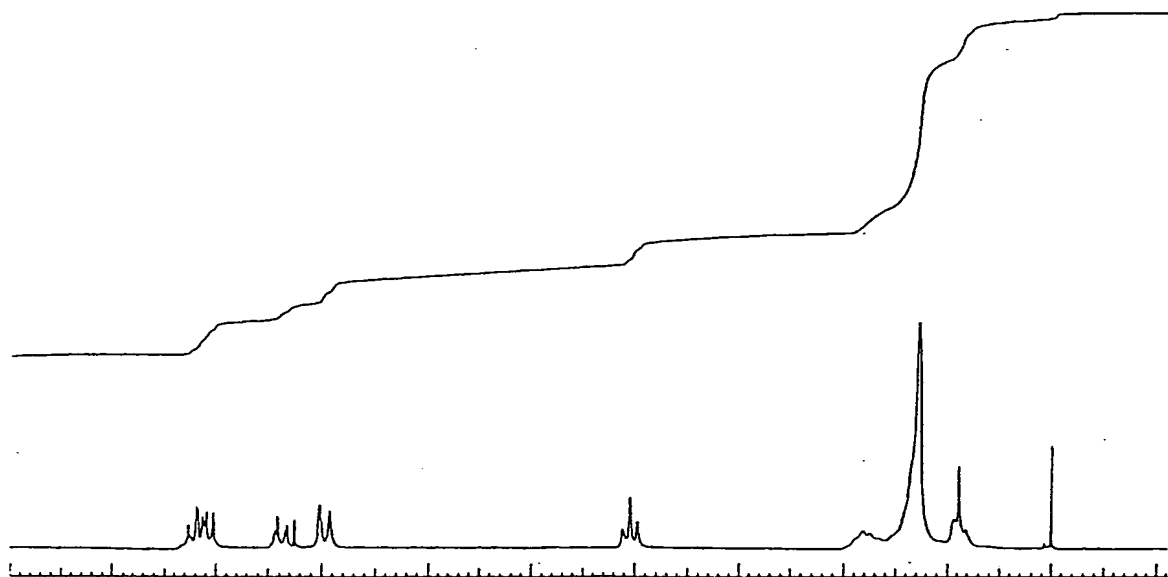
第2図



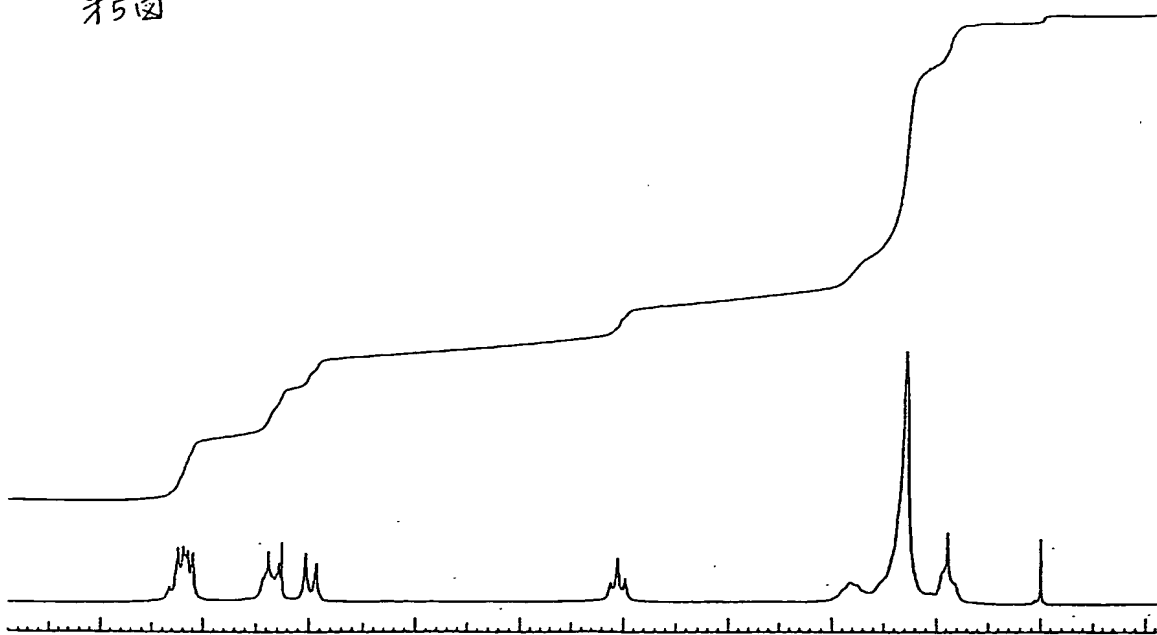
第3図



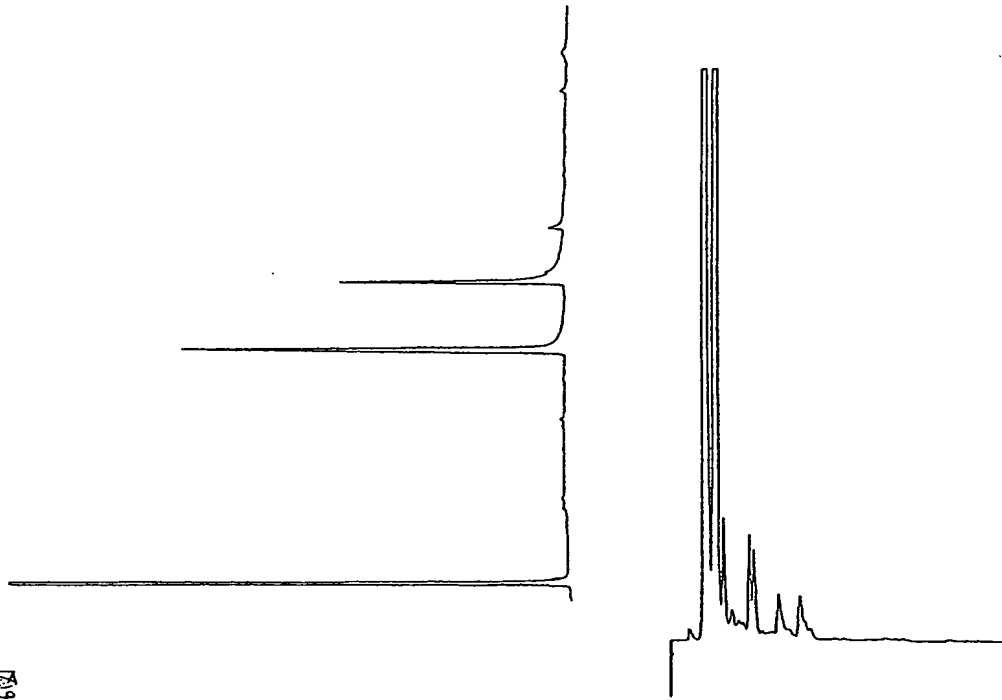
才4図



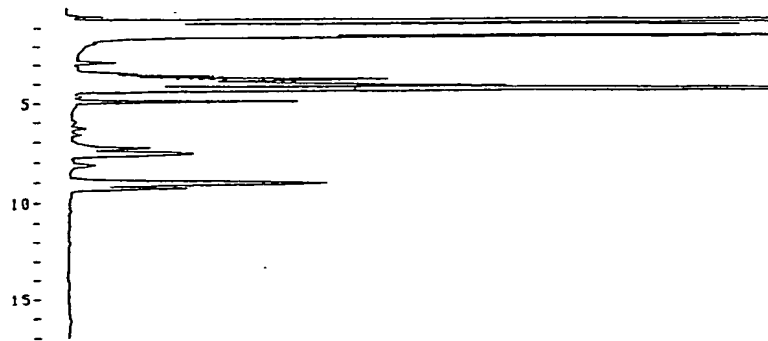
才5図



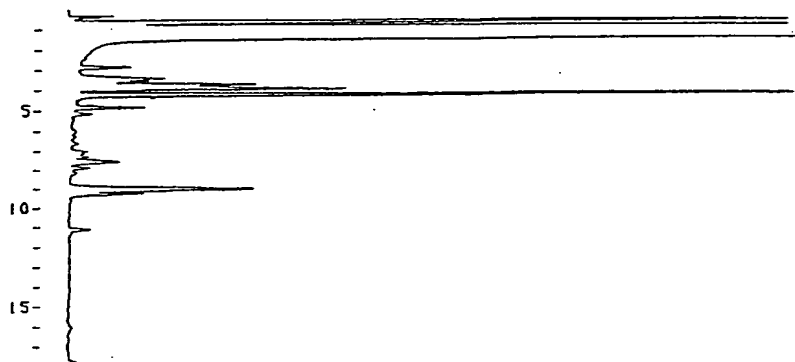
10図



16図

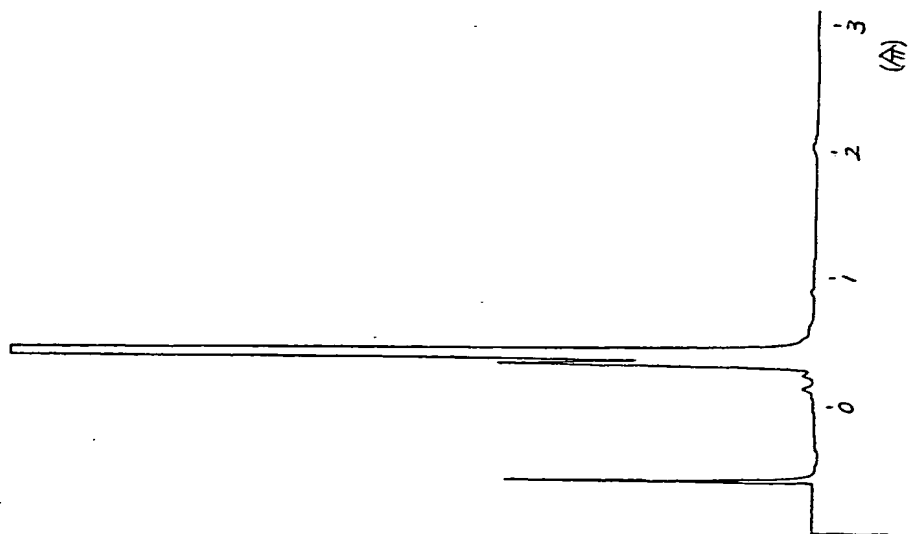


17図

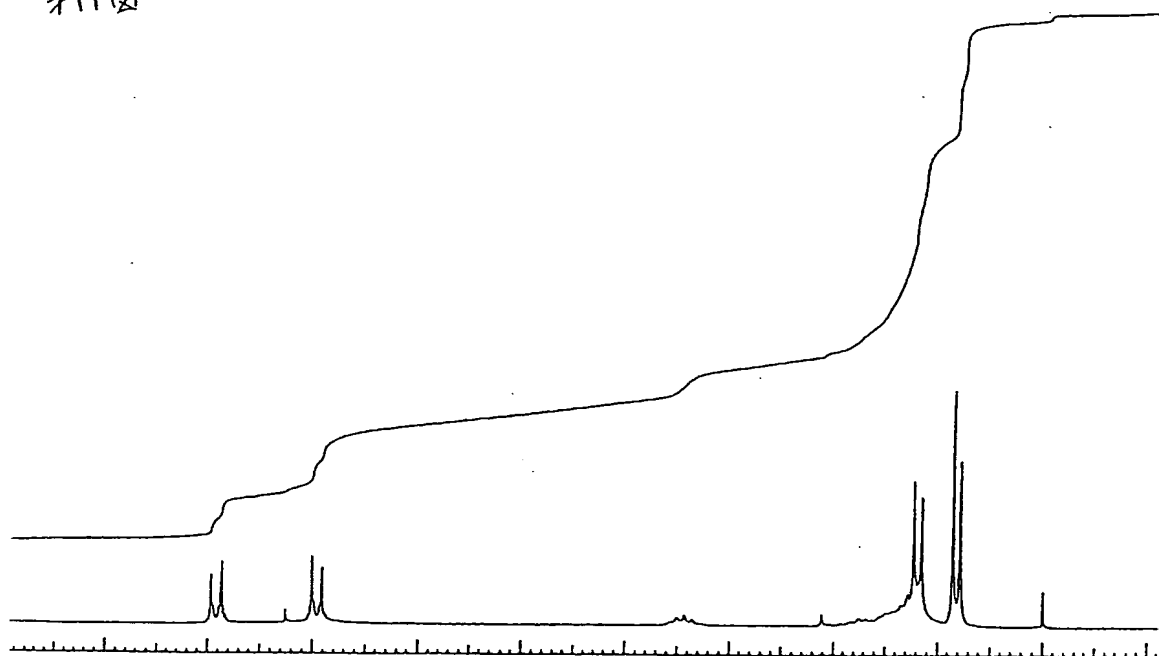


88k

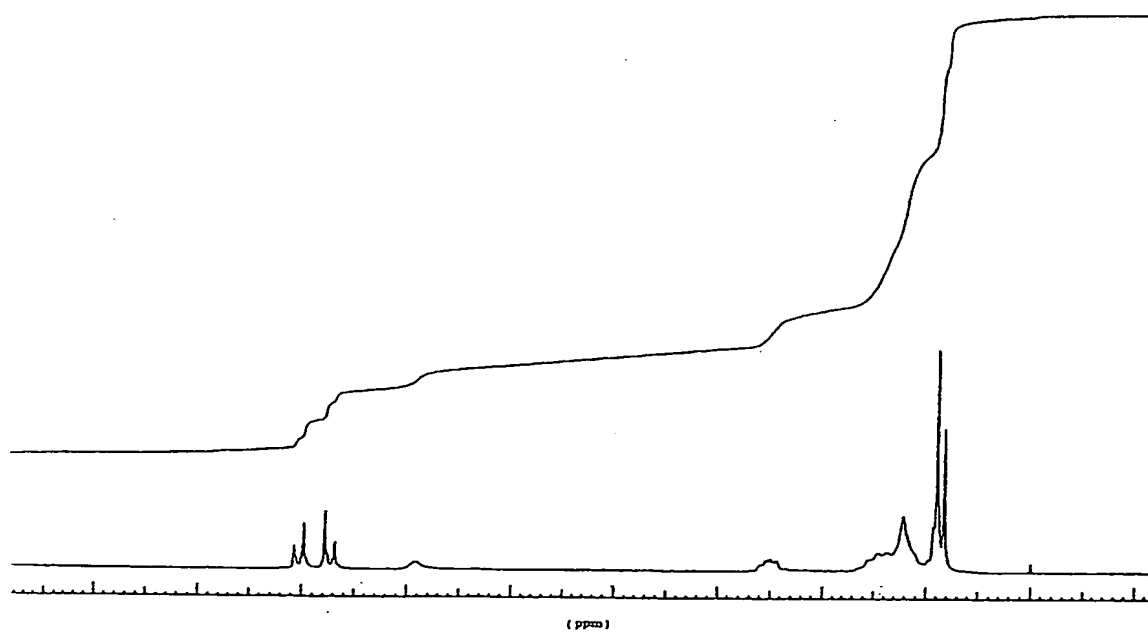
96k



第11回

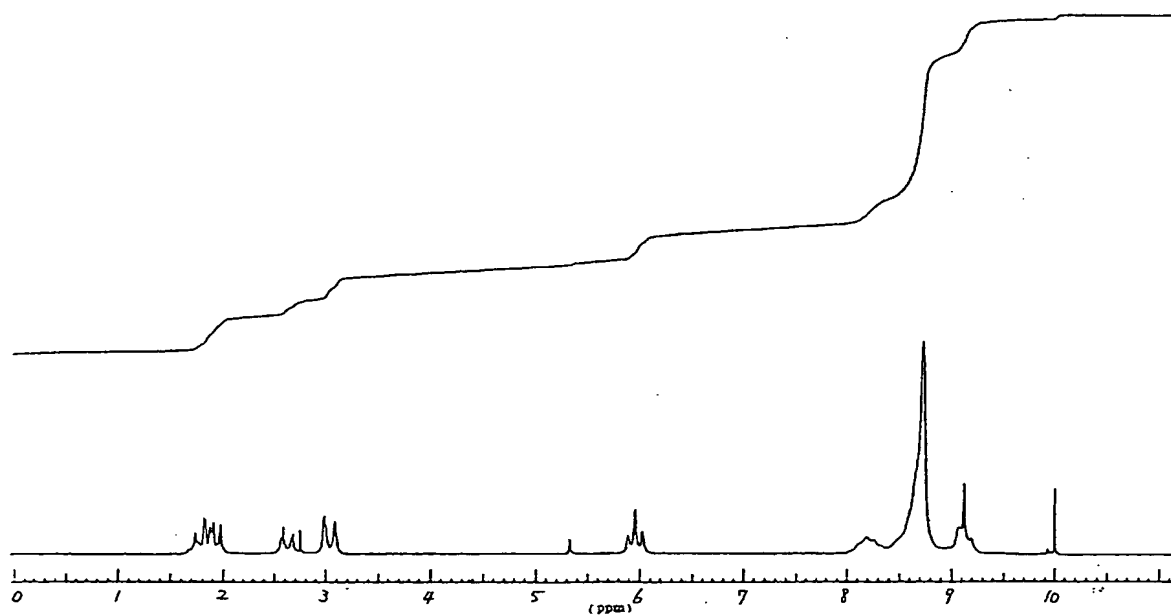


第12回



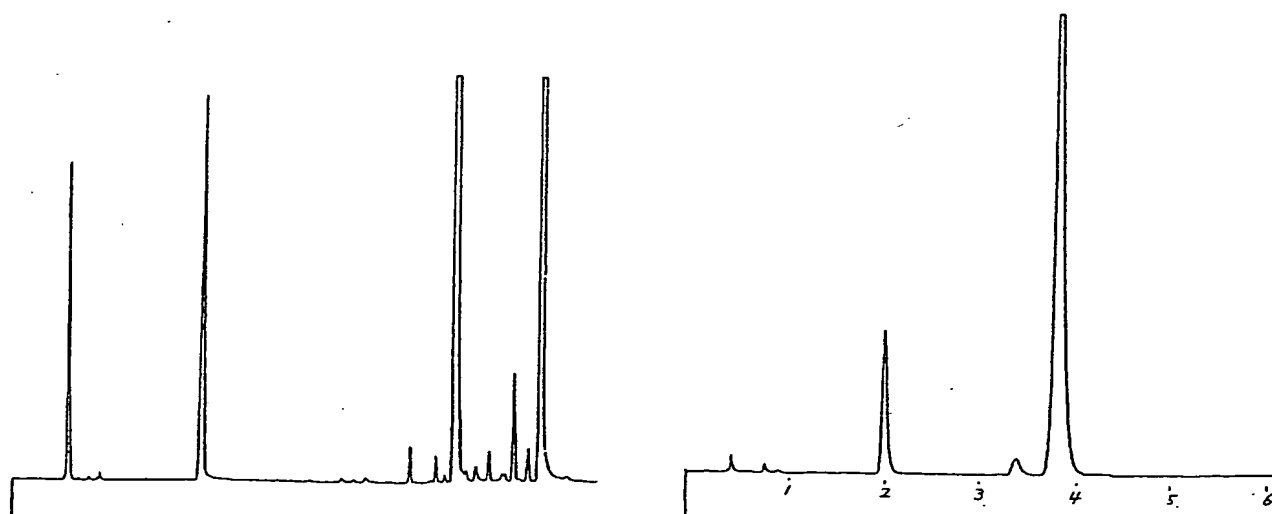
(ppm)

才13図

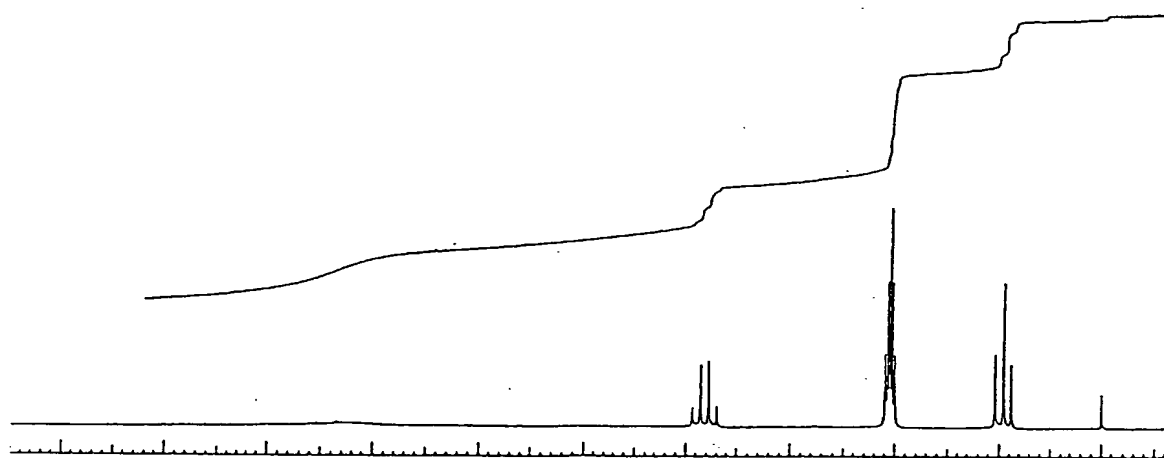


才14図

才15図



第16図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.